

⑬ベンタクロロチオフェニルソルベートの製造法

⑭特 願 昭41-52912

⑮出 願 昭41(1966)8月12日

⑯発明者 滝沢三郎

盛岡市上田上堰向75の1

⑰出願人 チツソ株式会社

大阪市北区宗是町1

代表者 江頭豊

代理人 弁理士 佐々井彌太郎 外1名

発明の詳細な説明

本発明はベンタクロロチオフェノールのアルカリ塩とハロゲン化ソルボイルとを反応せしめて新規化合物であるベンタクロロチオフェニルソルベートを製造する方法に関する。

本発明に使用する原料の内、ベンタクロロチオフェノール(アルカリ塩を含む)は稻熱病、うどんこ病等の防除に効果がある農薬として知られるもので、またハロゲン化ソルボイルの出発物質であるソルビン酸は中性または酸性で抗カビ力あるいは防腐性がすぐれ、食塩に添加使用されている。本発明の目的は上記両成分の性質を合わせ持つた新規化合物を製造するにある。本発明はベンタクロロチオフェノールのアルカリ塩とハロゲン化ソルボイルとを反応せしめて新規化合物であるベンタクロロチオフェニルソルベートを製造するにある。反応例は適当な溶媒例えば、ベンゼン中で過剰のベンタクロロチオフェノールのアルカリ塩とハロゲン化ソルボイルを反応せしめるかあるいはアルカリ水溶液にベンタクロロチオフェノールをとかしアルカリ塩を形成し、これにハロゲン化ソルボイルを加え望ましくは加温下に攪拌することによつて達成される。反応終了後、前者においては濾液から溶媒をとぼすことにより、また後者では単に濾過することにより粗ベンタクロロチオフェニルソルベートの結晶を得る。この粗生成物は

エタノール混合溶媒で再結晶され融点114～115℃の純品となる。収率は60～90%に達する。

本発明方法により得られるベンタクロロチオフェニルソルベートは農薬その他の用途を有する価値ある化合物である。

実施例 1

ベンタクロロチオフェノールのナトリウム塩1.5gと塩化ソルボイル0.5gおよび溶媒として10 15ccのベンゼンを3ツロフラスコに入れ攪拌する。水浴上でフラスコをあたため内温を30℃に保ちながら攪拌を続けると底に沈んでんしているベンタクロロチオフェノールのナトリウム塩は次第に消失し、代わりにNaClが沈んでんしている。4 15時間後反応液は緑を帯びた黄色となる。これを濾過してNaClと未反応のベンタクロロチオフェノールのナトリウム塩を除き、濾液を水浴上約60℃にあたためてベンゼンをとばす。得られた結晶を10%苛性ソーダ溶液で洗浄、乾燥後クロロホルムとエタノールの混合溶媒で再結晶して融点114～115℃のベンタクロロチオフェニルソルベートの結晶0.8g(収率60%)を得た。

分析結果(%)

	C	O	S	H	
理論値	47.2	4.2	8.5	1.9	
分析値	46.5	2.1	7.9	—	

実施例 2

ベンタクロロチオフェノール1gを3%苛性ソーダ溶液10ccにとかし、これに塩化ソルボイル0.5gを加える。初めは白濁状態であるが温度を65～70℃に保ちながら攪拌を続けることによつて黄色の沈んでんが生成する。2時間程経過すると塩化ソルボイルの臭いが消えるので、濾過し、10%苛性ソーダ溶液で洗浄、乾燥後クロロホルム-エタノール混合溶媒で再結晶する。かくしてベンタクロロチオフェニルソルベートの結晶1.1g(90%)を得た。融点、分析結果は実施例1と同様であつた。

特許請求の範囲

1 ペンタクロロチオフェノールのアルカリ塩と

ハロゲン化ソルボイルとを反応させ、ペンタクロロチオフェニルソルベートを製造する方法。